

Газохроматографическое измерение концентраций 1-амино-3-пропанола в воздухе рабочей зоны

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.408-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций 1-амино-3-пропанола в воздухе рабочей зоны

$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{OH}$

М. м. 75,11

1-амино-3-пропанол - бесцветная маслянистая жидкость со слабым специфическим запахом. Хорошо растворим в органических растворителях, в том числе в бензоле, эфире. Растворим в воде, метиловом и этиловом спиртах, пропиленкарбонате. $T_{\text{кип.}} - 187^\circ\text{C}$. В воздухе находится в виде аэрозоля. Обладает выраженным раздражающим действием. ПДК в воздухе - 1 мг/м^3 .

Характеристика метода

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения 1-амино-3-пропанола в хроматографируемом объеме раствора (1 мг/м^3) - 0,025 мкг.

Нижний предел измерения 1-амино-3-пропанола в воздухе - $0,5 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 150 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 1-амино-3-пропанола в воздухе - от 0,5 до 10 мг/м^3 .

Измерению не мешает присутствие монохлоруксусной кислоты.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения анализа, включая отбор пробы, - около 30 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с пламенно-ионизационным
детектором

Колонка хроматографическая из нержавеющей
стали длиной 2 м и диаметром 2 мм

Аспирационное устройство

Фильтродержатель

Колбы мерные, вместимостью 25, 50 и 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Микрошприц МШ-10м

ГОСТ 8043-75

Линейка измерительная

ГОСТ 5072-79

Пробирки с шлифованными пробками,
вместимостью 10 мл

ГОСТ 10515-75

Реактивы, растворы, материалы

1-амино-3-пропанол

ТУ 64-6-253-83

Пропиленкарбонат очищенный

Пропиленкарбонат очищенный получают
из пропиленкарбоната

путем ректификации под вакуумом

ТУ 6-09-3933-75

Ректификационная колонка, длиной 1,5 м
и внутренним диаметром 30 мм, флегмовое
число 2. Насадка - никелевые спиральки
(3 ´ 3 ´ 0,1 мм). Основную фракцию
отбирают при температуре 61 °С
(1 мм рт. ст.) в пределах колебаний ± 1 °С
В куб добавляют порошок металлического
лития из расчета 1 г на 1 л
Полисорб-1 (фракция 0,2 - 0,5) - насадка
хроматографической колонки
Готовый сорбент инертон супер с 5 % ХЕ-60,
фракция 0,16-0,2 мм, производства ЧСФР

Стандартный раствор № 1 1-амино-3-пропанола готовят в мерной колбе, вместимостью 25 мл. Взвешивают колбу с 5-10 мл пропиленкарбоната, добавляют 4 - 5 капель вещества и снова взвешивают. По разности весов вычисляют взятое количество вещества, доводят раствор до метки пропиленкарбонатом и вычисляют концентрацию 1-амино-3-пропанола.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 1-амино-3-пропанола 250 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 пропиленкарбонатом.

Газообразные (в баллонах с редуктором)

азот	ГОСТ 9293-74
водород	ГОСТ 3022-80
воздух	ГОСТ 11882-73
Фильтры типа АФА-ВГ-10	ТУ 95-743-80

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр типа АФА-ВГ-10. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 150 л воздуха. Пробы можно хранить в холодильнике в течение недели.

Подготовка к измерению

Приготовление хроматографической колонки.

Хроматографическую колонку заполняют под вакуумом готовой насадкой - Полисорбом-1. Колонку кондиционируют в течение 20 ч, при температуре 170 °С и скорости газа-носителя 30 мл/мин.

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки с использованием градуировочных растворов, которые готовят с концентрацией от 0,025 до 0,5 мкг/мл путем соответствующего разбавления стандартного раствора № 2 пропиленкарбонатом. Растворы устойчивы в течение недели при хранении в холодильнике в закрытых сосудах.

Градуировочные растворы в количестве 1 мкл вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура термостата колонки	125 °С;
температура испарителя	180 °С;
температура термостата детектора	200 °С;
скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин;
скорость потока водорода	30 мл/мин;
скорость потока воздуха	300 мл/мин;
скорость движения диаграммной ленты	1,5 мм/мин;
объем вводимой пробы	1 мкл;
масштаб чувствительности	8 ´ 10 ⁻¹¹ ;
время удерживания 1-амино-3-пропанола	9 мин 10 с.

После полного выхода 1-амино-3-пропанола температуру термостата колонки повышают до 180 °С и выдерживают 20 мин для полного удаления пропиленкарбоната. Для подготовки прибора к следующему измерению температуру термостата колонки вновь понижают до 120 °С и дают выдержку в течение 10 мин.

Строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика (мм²) от количества 1-амино-3-пропанола в хроматографируемом объеме (мкг). Градуировочный график строят не менее чем по 6 точкам, проводя не менее 5 параллельных определений для каждой концентрации. Проверку градуировочного графика следует проводить при изменении условий анализа, но не

реже 1 раза в месяц.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в пробирку и заливают 3 мл пропиленкарбонатом и оставляют на 10 - 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Степень десорбции составляет 97 %. Фильтр отжимают и удаляют.

1 мкл раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. На полученной хроматограмме измеряют площадь пика.

Количественное определение 1-амино-3-пропанола в хроматографируемом объеме проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию 1-амино-3-пропанола (C) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot e}{b \cdot V}, \text{ где}$$

a - содержание 1-амино-3-пропанола в хроматографируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

b - хроматографируемый объем пробы, мл;

e - общий объем анализируемого раствора, мл;

V - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны НИО «Экотокс», г. Москва.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.)

проводят по формуле

$$V_{20} = \frac{V_t + (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V₂₀ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	1,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Рис. 1
Ловушка-концентратор.
Общий вид.

Рис. 2
Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Название вещества	Методические указания
1. Аммоний винно-кислый кислый	Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
Аммоний винно-кислый	К = 9,82 Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.
2. Калий винно-кислый	К = 5,41 Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.
Калий виннокислый кислый	
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	К = 2,9 и 4,82 Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.
4. Натрий винно-кислый кислый	К = 2,66 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.
Натрий винно-кислый	К = 7,48 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной

спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.

К = 4,22

Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с.

К = 3,39

Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с.

Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.

К = 2

Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.

Калий-натрий винно-кислый

5. Полиметилмочевина

6. Трифторметансульфоксид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)

7. Хлоргидрат изоникотиновой кислоты